

Rec'd PCT/PTO 20 DEC 2004

10/518646  
PCT/JP03/07700

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

18.06.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年 6月28日

出願番号  
Application Number: 特願2002-190588  
[ST. 10/C]: [JP 2002-190588]

出願人  
Applicant(s): 株式会社東芝

REC'D 08 AUG 2003

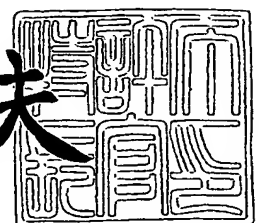
WIPES SET

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 7月25日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3059139

【書類名】 特許願

【整理番号】 DTA02-007

【提出日】 平成14年 6月28日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 77/06

【発明の名称】 シリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法

【請求項の数】 13

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区浮島町 2 番 1 号 株式会社東芝  
浜川崎工場内

【氏名】 須山 章子

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市鶴見区末広町 2 丁目 4 番地 株式会社東  
芝 京浜事業所内

【氏名】 亀田 常治

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市鶴見区末広町 2 丁目 4 番地 株式会社東  
芝 京浜事業所内

【氏名】 伊藤 義康

【特許出願人】

【識別番号】 000003078

【氏名又は名称】 株式会社東芝

【代理人】

【識別番号】 100077849

【弁理士】

【氏名又は名称】 須山 佐一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 014395

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	明細書	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭化ケイ素とカーボンからなる圧粉体を成形する工程と、  
前記成形体に溶融シリコンを含浸させる工程と、  
溶融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により削除して最終寸法の部品とする工程と  
を有することを特徴とするシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項2】 炭化ケイ素とカーボンからなる最終寸法より大きい予備成形体を成形する工程と、

前記予備成形体の一部を機械加工または手加工により部品形状に、生加工して予備成形体の寸法よりは小さく最終寸法よりは大きい寸法の成形体を形成する工程と、

前記成形体に溶融シリコンを含浸させる工程と、  
溶融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により最終寸法の部品とする工程と

を有することを特徴とするシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項3】 炭化ケイ素とカーボンからなる最終寸法より大きい成形体をスリップキャストイングにより成形する工程と、

前記成形体に溶融シリコンを含浸させる工程と、  
溶融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により最終寸法の部品とする工程と

を有することを特徴とするシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項4】 機械加工による取りしろが、 $100\mu\text{m}$ 以上であることを特徴とする請求項1乃至3記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項5】 成形体の寸法は、最終寸法より10%以下の範囲で大きく製造されることを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項6】 成形体の寸法は、 $10\text{cm}$ を超える場合、最終寸法より8%

以下の範囲で大きく製造されることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 7】 成形体の寸法は、成形体の寸法が 20 cm を超える場合、最終寸法より 5 % 以下の範囲で大きく製造されることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 8】 炭化ケイ素とカーボンからなる成形体は、有機バインダを含有することを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 9】 炭化ケイ素の平均粒径が  $0.1\ \mu\text{m}$  から  $10\ \mu\text{m}$  であり、カーボン粉末の平均粒径が  $0.005\ \mu\text{m}$  から  $1\ \mu\text{m}$  であることを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 10】 炭化ケイ素とカーボンの混合比率が、重量比で 10 : 1 ~ 10 であることを特徴とする請求項 1 乃至 9 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 11】 成形体の成形が、前記混合粉末を 0.5 MPa から 2 MPa の加圧下で加圧成形により行われることを特徴とする請求項 1 乃至 10 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 12】 成形体の成形が、前記混合粉末を分散媒に分散させたスラリーを圧力鑄込成形機を用いて 0.5 MPa から 10 MPa の加圧下に行われることを特徴とする請求項 1 乃至 11 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【請求項 13】 成形体へのシリコンの含浸が、 $1400^{\circ}\text{C}$  以上で、減圧下又は不活性雰囲気下で行われることを特徴とする請求項 1 乃至 12 のいずれか 1 項記載のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、強度、靱性などの機械的特性が改善された、高い信頼性と耐久性を有し、複雑な形状や大型の部品に適したシリコン／炭化ケイ素複合部品に係り、

特に、半導体製造治具、半導体関連部品、鏡面部材、ポンプ部材、メカニカルシール部材、各種摺動部材、ガスタービン用高温構造部材、宇宙及び航空用構造部材、ブレーキ用部材、装飾品等の、単純な構造は勿論、複雑な形状や大型のものまで、安価に製造し得るシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

炭化ケイ素系セラミックスは、軽量で、耐熱性、耐磨耗性、耐食性などに優れていることから、近年、研削材、砥石をはじめ、高温耐食部材、ヒーター材、耐磨耗部材などの用途に用いられている。最近では、大型半導体製造治具、半導体関連部材、鏡面部材、ポンプ部材、メカニカルシール部材、各種摺動部材、ガスタービン高温構造部材、宇宙及び航空用構造部材、ブレーキ用部材、装飾品等への適用研究開発が進められている。

#### 【0003】

これらの炭化ケイ素系セラミックスは、主に粉末の圧粉体を用いた焼結技術により製造されている。

#### 【0004】

ところで、従来の焼結法で製造される炭化ケイ素系セラミックスは、焼結時に焼結収縮により、圧粉体の形状から焼結体になるまで20%を越える寸法収縮を伴うという問題がある。

#### 【0005】

寸法収縮の問題を回避するため、炭化ケイ素系セラミックス部品を製造する場合には、最終製品寸法よりも20%以上も大きい形状に成形し焼結後に所定の寸法に機械加工されるが、焼結時の収縮率は形状によっても変わり、生加工の段階では、焼結後の寸法が所望の最終寸法よりも大きくなるように成形されるため、焼結後の機械加工に長時間を要するという問題があった。

#### 【0006】

また、複雑な形状をもつものでは、複雑形状に生加工すると、焼結収縮時に各部で収縮量が異なって複雑形状部に応力がかかり、変形や割れが発生するという問題がある。このため、焼結後、機械加工により複雑形状に仕上げる必要がある

が、炭化ケイ素系セラミックスはセラミックスの中でも最も硬くて脆いため、加工性が低く、複雑な形状の製品や大型の製品、特に複雑で大型の部品をつくることは非常に困難である。

#### 【0007】

このため、炭化ケイ素系セラミックスは、軽量で、耐熱性、耐磨耗性、耐食性に優れているにもかかわらず、製品への実用化が十分に行われていないのが実情である。

#### 【0008】

なお、シリコン／炭化ケイ素も知られているが、強度、靱性等の特性が粉末焼結技術による炭化ケイ素系セラミックスよりも低いこともあって構造部品材料への適用については十分な検討はなされていない。

#### 【0009】

##### 【発明が解決しようとする課題】

上述したように、炭化ケイ素系セラミックスは、軽量で、耐熱性、耐磨耗性、耐食性などに優れていることから、多くの用途に用いられているが、焼結収縮が大きく、焼結後の寸法が所望の最終寸法よりも大きくなるように成形されるため焼結後の機械加工に長時間を要するという問題があった。

#### 【0010】

また、複雑な形状をもつものでは焼結時の変形や割れを避けるため、焼結後に機械加工により最終の複雑形状に仕上げられるが、炭化ケイ素系セラミックスは硬くて脆いため、加工が非常に難しいという問題があった。

#### 【0011】

本発明は、かかる従来の課題を解決すべくなされたもので、強度、靱性等の機械的特性や耐久性の改善された、高い信頼性と耐久性を有するシリコン／炭化ケイ素複合部品を、複雑な形状や大型の部品まで安価に提供できるシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0012】

##### 【課題を解決するための手段】

シリコン／炭化ケイ素複合部品の部品製造方法は、請求項1の炭化ケイ素とカ

ーボンからなる圧粉体を成形する工程と、前記成形体に溶融シリコンを含浸させる工程と、溶融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により削除して最終寸法の部品とする工程とを特徴としている。

#### 【0013】

なお、本明細書において「シリコン／炭化ケイ素複合部品」というときの「部品」には、複数集まって全体を構成する普通の意味での「部品」の他、装置等に付属的に用いられる治具、部材あるいは装飾品等も含まれる。

#### 【0014】

本発明が適用される典型的な「部品」の形態としては、例えば、鏡面部品としての直径300mm×厚さ10mmの円板状部品、半導体用製造治具としての外径350mm×内径300mm×厚さ2mmの環状材、摺動部品としての外径100mm×内径80mm×高さ60mmの管状材、直径60mm×高さ60mmの柱状材、外径200mm×内径160mm×高さ20mmの環状材等が例示される。

#### 【0015】

本発明のシリコン／炭化ケイ素複合材料は、成形体（ここでは、炭化ケイ素とカーボンからなる圧粉体を示す）に、溶融シリコンを含浸することにより作製される。あらかじめ部品に近いかたちでの成形体をつくり（成形体を生加工により部品形状にもっていてもよい）、溶融シリコン含浸によりそのままの形状でシリコン／炭化ケイ素複合材料となり、部品の寸法精度に合わせて加工することにより、部品が得られる。一般の炭化ケイ素系セラミックスと異なり、成形体からの焼結収縮等はほとんどないため（1%以下）、成形体の段階で最終寸法に近い形にもっていくことができ、シリコン／炭化ケイ素材料での加工分を低減できるからである。これにより、複雑な大型部品まで、歩留まりよく、短時間で製造できる。

#### 【0016】

請求項2のシリコン／炭化ケイ素複合部品の部品製造方法は、炭化ケイ素とカーボンからなる最終寸法より大きい予備成形体を成形する工程と、前記予備成形体の一部を機械加工または手加工により部品形状に、生加工して予備成形体の寸



法よりは小さく最終寸法よりは大きい寸法の成形体を形成する工程と、前記成形体に熔融シリコンを含浸させる工程と、熔融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により最終寸法の部品とする工程とを有することを特徴としている。比較的単純な形状では、炭化ケイ素とカーボンからなる成形体を、金型プレス、ラバープレス、冷間等方圧プレス等で成形し（上記の予備成形体）、この状態は粉末の圧粉体なので、容易に加工できる。しかし、成形体は強度が低いため、機械加工時のつかみ等十分に注意を要するが、比較的単純な加工であれば、機械加工及び手加工ともに容易に加工が可能である。ここで、あらかじめ部品の最終寸法に近くまでもっていき、熔融シリコンを含浸し、シリコン／炭化ケイ素部品を得るため、最終加工では寸法・精度を整えろとし、加工量を大幅に低減することが可能である。

#### 【0017】

請求項3のシリコン／炭化ケイ素複合部品の部品製造方法は、炭化ケイ素とカーボンからなる最終寸法より大きい成形体をスリップキャストイングにより成形する工程と、前記成形体に熔融シリコンを含浸させる工程と、熔融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により最終寸法の部品とする工程とを有することを特徴としている。

#### 【0018】

特に、複雑形状で薄肉な部品等、スリップキャストイングが好ましい部品形状のとき、成形体を上記の方法で製作し、これに熔融シリコンを含浸する。これにより、複雑形状で薄肉な部品を、最終加工を大幅に低減して容易に歩留まりよく製造可能である。

#### 【0019】

請求項4では、機械加工による取りしろが、 $100\mu\text{m}$ 以上であることを特徴としている。シリコン／炭化ケイ素複合材料は、焼結によりほとんど寸法変化は見えられないが、熔融シリコンを含浸で、熔融シリコンの冷却時の体積膨張を考慮して、最終機械加工は少なくとも $100\mu\text{m}$ 以上とったほうが好ましい。

#### 【0020】

請求項5のシリコン／炭化ケイ素複合部品の製造方法は、成形体の寸法は、最

終寸法より10%以下の範囲で大きく製造されることを特徴としている。粉末焼結による炭化ケイ素系セラミックスは、焼結収縮分と最終仕上げ加工分大きくしなくてはならないため、20%以上大きく製造されることになる。これに対して、シリコン／炭化ケイ素複合材料は、最終仕上げ加工分のみ大きく製造すればよく、多様な部品を想定しても、最終寸法より10%以下の範囲で大きく製造されることとする。請求項6では、成形体の寸法は、10cmを超える場合、最終寸法より8%以下の範囲で大きく製造されることを特徴としている。請求項7では、成形体の寸法は、成形体の寸法が20cmを超える場合、最終寸法より5%以下の範囲で大きく製造されることを特徴としている。

#### 【0021】

ここでの寸法は、部品の最大寸法を指す。例えば、 $\phi 300\text{ mm}$ で厚み5mmの場合、直径方向には最終寸法の5%以下、厚み方向では10%以下で、炭化ケイ素とカーボンの圧粉体の成形体（熔融シリコンを含浸するまえの状態）を作製することとする。

#### 【0022】

本発明の出発原料に用いられる炭化ケイ素は、平均粒径0.1 $\mu\text{ m}$ から15 $\mu\text{ m}$ 、好ましくは0.1 $\mu\text{ m}$ から10 $\mu\text{ m}$ 、より好ましくは平均粒径0.1 $\mu\text{ m}$ から5 $\mu\text{ m}$ の範囲のものである。カーボン粉末としては、平均粒径0.01 $\mu\text{ m}$ から1 $\mu\text{ m}$ のものが好ましい。炭化ケイ素とカーボンの配合比は、重量比で10:1～10が好ましく、10:3～5の範囲がより好ましい。炭化ケイ素とカーボンには、必要に応じて公知の有機バインダの適当量を添加してもよい。

#### 【0023】

上記材料を用いることにより、強度・靱性のすぐれたシリコン／炭化ケイ素複合材料を得ることができる。

#### 【0024】

本発明における成形体または予備成形体の成形は、炭化ケイ素とカーボンの混合粉末をそのまま金型プレス、ラバープレス、冷間等方圧加圧等により加圧成形したり、水または有機系溶媒に分散してスラリーとし、このスラリーを圧力鋳込成形機を用いて加圧下に成形した後乾燥することにより得られる。

## 【0025】

加圧成形の場合の成形圧力は、0.5 MPa から 2 MPa の範囲が望ましく、圧力鋳込成形機による成形圧力は、0.5 MPa から 10 MPa の範囲が好ましい。

## 【0026】

予備成形体は、乾燥された後、最終寸法より大きい寸法にまで機械加工されてシリコンを含浸させるための成形体とされる。

## 【0027】

機械加工は、旋盤、フライス、ボール盤を用いて、NC または手加工等の公知の機械加工手段が用いられる。

## 【0028】

本発明においては、シリコン含浸後の最終の機械加工工程において、シリコン／炭化ケイ素複合部品の表面層が  $100\ \mu\text{m}$  以上削除される。したがって、成形体の寸法は、最終寸法よりも  $100\ \mu\text{m}$  以上大きい寸法とすることが望ましい。平板状の部品の場合には、最終製品寸法より 10% 以下の範囲、好ましくは 5% 以下の範囲で成形体の寸法を大きく製造する。成形体の寸法（厚さ）が厚い場合には、上記の範囲内で厚めにし、成形体の厚さが薄い場合には上記の範囲で薄目にすることが望ましい。

## 【0029】

成形体へのシリコンの含浸は、必要に応じて成形体を脱脂した後、減圧下又は不活性雰囲気下で成形体をシリコンの融点以上、例えば  $1400^{\circ}\text{C}$  以上に加熱し、この加熱した成形体に溶融したシリコンを含浸させることにより行われる。成形体の大きさにもよるが、溶融シリコンの成形体への含浸は迅速に（秒の単位）行われ、次いで溶融シリコンとカーボン粉末との反応も迅速に（分の単位）行われる。本発明におけるシリコンの含浸温度は、炭化ケイ素の焼結温度（ $1900^{\circ}\text{C}$  以上）より低いため、製作コストを安価にすることができる。なお、炭化ケイ素のみからなる成形体にシリコンを溶浸したのでは、上記のような優れた機械的特性を持つシリコン／炭化ケイ素複合材料は得られない。

## 【0030】

本発明においては、炭化ケイ素とカーボンからなる成形体中に溶融したシリコンを含浸させる工程で、成形体中のカーボンと含浸したシリコンが反応して、出発原料の炭化ケイ素の表面にこれとは別の平均粒径の小さい炭化ケイ素が形成される。出発原料の炭化ケイ素の粒子間に、溶融シリコンとカーボン粉末との反応により形成された炭化ケイ素とシリコン相とを存在させることによって、優れた機械的特性と、高い信頼性と耐久性を有するシリコン／炭化ケイ素複合材料が得られる。この工程では、炭化ケイ素とカーボンからなる成形体を加圧成形したのちにシリコンを溶浸するため、緻密な材料が得られ、溶浸・焼結時に材料の収縮がない。また、ネットあるいはニアネットで大型かつ複雑形状の製品を、短時間・低コストプロセスで製作することができる。

#### 【0031】

シリコンの含浸されたシリコン／炭化ケイ素複合材料は、機械加工により表面層が削除されて最終のシリコン／炭化ケイ素複合部品が得られる。

#### 【0032】

本発明に係るシリコン／炭化ケイ素複合部品は、半導体製造治具、半導体関連部品、鏡面部材、ポンプ部材、メカニカルシール部材、各種摺動部材、ガスタービン用高温構造部材、宇宙及び航空用構造部材、ブレーキ用部材、装飾品等に適用することができる。

#### 【0033】

本発明に係わるシリコン／炭化ケイ素複合部品は、炭化ケイ素結晶粒の隙間にシリコンがネットワーク状に連続して存在している。本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品は、炭化ケイ素結晶の隙間を、シリコンがネットワーク状に連続して存在する気孔のない緻密質の焼結体である。典型的な本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品は、曲げ強度 500 MPa 以上で、 $3 \text{ MPa} / \text{m}^{1/2}$  以上の破壊靱性値を有し、機械的特性のバラツキが小さく、高い信頼性と耐久性を有している。

#### 【0034】

本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品は、好ましくは、シリコン／炭化ケイ素複合部品を構成する炭化ケイ素が通常 2 種類の結晶粒径分布を有している。よ

り高い機械的特性をもつシリコン／炭化ケイ素複合部品を得るためには、結晶粒径分布の大きい方の炭化ケイ素の平均結晶粒径が、 $0.1\mu\text{m}$ から $15\mu\text{m}$ 、好ましくは $0.1\mu\text{m}$ から $10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.1\mu\text{m}$ から $5\mu\text{m}$ 、小さい方の炭化ケイ素の平均結晶粒径が $0.01\mu\text{m}$ から $1\mu\text{m}$ であることが望ましい。結晶粒径分布の大きい方の炭化ケイ素結晶粒は、通常、出発原料の炭化ケイ素であり、製造過程において殆ど結晶成長が認められない。結晶粒径分布の大きい方の炭化ケイ素、すなわち出発原料の炭化ケイ素の平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 未満、通常は $0.1\mu\text{m}$ 未満であると製造プロセスにおいて結晶粒子が凝集しやすくなり、均質な組織が容易に得られにくくなる傾向が見られる。また、結晶粒径分布の大きい方の炭化ケイ素の平均粒径が $30\mu\text{m}$ 、通常は $20\mu\text{m}$ を越えると、他の条件によっては $15\mu\text{m}$ を越えると機械的特性である強度、靱性が十分に発現しない傾向が見られる。小さい方の炭化ケイ素は、一般に、製造過程において、出発原料のカーボン粉末とシリコンとが反応して形成されたものである。

#### 【0035】

カーボン粉末は、通常、出発原料の炭化ケイ素に付着した状態で原料混合物中に分散しているため、平均粒径の小さい方の炭化ケイ素は、平均粒径の大きい炭化ケイ素の付近から成長し、平均粒径の大きい炭化ケイ素に接触したような状態でシリコン／炭化ケイ素複合部品中に存在する。

#### 【0036】

本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品を構成する炭化ケイ素は、通常、1種類または2種類の結晶相を有している。炭化ケイ素が2種類の結晶粒径分布を有する場合には、通常、大きい方の炭化ケイ素の結晶相が $\alpha$ 相または $\beta$ 相であり、小さい方の炭化ケイ素の結晶相が $\beta$ 相である。その理由は、出発原料の炭化ケイ素は $\alpha$ 相と $\beta$ 相とのものがあるのに対して、カーボン粉末と熔融シリコンとの反応では $\beta$ 相の炭化ケイ素しか生成しないためである。本発明においては、このカーボン粉末と熔融シリコンとの反応により生成した $\beta$ 相の炭化ケイ素の存在より、気孔のない均質な焼結体を得られ、機械的特性にバラツキの小さい、高い信頼性と耐久性を有する材料が得られる。

#### 【0037】

本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品においてネットワークを形成しているシリコンの含有量は、通常、5重量%から50重量%であり、好ましくは5重量%から30重量%である。シリコンの含有量が50重量%を超えると十分な機械的特性が得られない傾向が見られ、逆にシリコンの含有量が5重量%未満であると、シリコンがネットワークを形成できない可能性が高くなり、製造プロセス上、均質な組織の材料が得にくくなる。なお、前述した範囲内においては、分散粒子の含有量が多いほど、機械的特性である強度および靱性が向上する傾向が見られ、より高い信頼性と耐久性を有する材料が得られる。

#### 【0038】

また、本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品において、ネットワークを形成しているシリコンを除去して求めた、シリコンと炭化ケイ素の単位重量当たりの粒界面積は、好ましくは0.1平方m/gから10平方m/gであり、より好ましくは0.1平方m/gから6平方m/gである。上記範囲内にシリコンと炭化ケイ素の粒界面積を調整した場合、シリコンが炭化ケイ素結晶粒の隙間に満遍なく充填され、したがって、カーボン粉末と熔融シリコンの反応も均一に行われて、機械的特性にすぐれた、高い信頼性と耐久性をもつ材料が得られる。

#### 【0039】

さらにまた、本発明のシリコン／炭化ケイ素複合部品において、ネットワークを形成しているシリコンを除去して求めた平均細孔径は、好ましくは0.03  $\mu$ mから3  $\mu$ m、より好ましくは0.03  $\mu$ mから2  $\mu$ mである。この平均細孔径が、3  $\mu$ mを超えると、曲げ強度が500 MPaを下回るものが発現するようになり、逆に、平均細孔径が0.03  $\mu$ mを下回ると、製造プロセス上、シリコンをネットワーク状に連続して存在させることが難しくなって、機械的特性のバラツキが見られるようになる。なお、このシリコンを除去して求めた平均細孔径は、シリコン／炭化ケイ素複合部品を、減圧下1600℃で加熱して含有するシリコンを除去し、水銀圧入法を用いて細孔を円柱と仮定したときの径を求めたものである。この平均細孔径は炭化ケイ素粒子間の平均距離に相当する。このシリコンを除去して求めた平均細孔径が3  $\mu$ m以下である場合、炭化ケイ素が均質分散され、安定して高強度・高靱性を示す材料が得られる。

## 【0040】

## 【発明の実施の形態】

以下本発明の実施例についてより具体的に説明する。

## 【0041】

## [実施例1]

平均粒径  $1\ \mu\text{m}$  の炭化ケイ素粉末 ( $\alpha\text{-SiC}$ ) と平均粒径  $0.5\ \mu\text{m}$  のカーボン粉末 (カーボンブラック) と有機バインダとを混合して造粒粉末を作製した。次に、得られた造粒粉末をプレス成形機を用いて  $\phi 51\text{mm} \times 6\text{mm}$  のサイズの成形型に充填し、 $5\text{MPa}$  の圧力で加圧して円柱状の成形体を成形した。この成形体を、不活性ガス雰囲気中  $600^\circ\text{C}$  の温度で加熱・保持し、有機バインダを脱脂した後に、不活性ガス雰囲気中で  $1400$  以上  $^\circ\text{C}$  の温度で加熱し、成形体に溶融したシリコンを含浸・焼結させた。得られたシリコン／炭化ケイ素複合材料の表面を表面研磨加工によりほぼ均一に削除して最終製品寸法  $\phi 50 \times 5\text{mm}$  のシリコン／炭化ケイ素複合部品を作製した。

## 【0042】

得られたシリコン／炭化ケイ素複合部品から、幅  $4\text{mm}$ 、厚み  $3\text{mm}$ 、長さ  $40\text{mm}$  の曲げ試験片を加工し、スパン  $30\text{mm}$ 、ヘッドスピード速度  $0.5\text{mm/min}$  の条件で3点曲げ試験を室温で行った。試験の結果、この部品の曲げ強度  $1100\text{MPa}$ 、比較例1に対するコストは  $0.7$  であった。なお、コストは、比較例1の製造コスト (焼結コスト) を  $1$  としたときのコストと比較した比率である。

## 【0043】

## [比較例1]

平均粒径  $0.1\ \mu\text{m}$  の炭化ケイ素粉末 ( $\alpha\text{-SiC}$ ) と微量の焼結助剤と有機バインダとを混合して造粒粉末を作製した。次に、得られた造粒粉末をプレス成形機を用いて  $\phi 62 \times 7\text{mm}$  のサイズの成形型に充填し、 $5\text{MPa}$  の圧力で加圧して円柱状の成形体を成形した。この成形体を、不活性ガス雰囲気中  $600^\circ\text{C}$  の温度で加熱・保持し、有機バインダを脱脂した後に、不活性ガス雰囲気中において  $1900^\circ\text{C}$  以上の温度に加熱して焼結させた。得られた焼結体の表面を表面研

磨加工により均一に削除して最終製品寸法  $\phi 50 \times 5 \text{ mm}$  のシリコン／炭化ケイ素複合部品を作製した。

#### 【0044】

得られたシリコン／炭化ケイ素複合部品から、幅 4 mm、厚み 3 mm、長さ 40 mm の曲げ試験片を加工し、スパン 30 mm、ヘッドスピード速度 0.5 mm/min の条件で 3 点曲げ試験を室温で行った。試験の結果、この部品の曲げ強度は 400 MPa であった。

#### 【0045】

##### [実施例 2]

平均粒径  $1 \mu\text{m}$  の炭化ケイ素粉末 ( $\alpha\text{-SiC}$ ) と平均粒径  $0.01 \mu\text{m}$  のカーボン粉末 (カーボンプラック) と有機バインダとを、溶媒中に分散して低粘度のスラリーを作製した。次に、圧力鋳込み成形機を用いて、上記スラリーを外径 210 mm × 高さ 310 mm × 厚み 7 mm の成形型に充填し 3 MPa で加圧して板状の成形体を成形した。自然乾燥した後、不活性ガス雰囲気中 600 °C の温度で加熱・保持し、有機バインダを脱脂した後に、不活性ガス雰囲気中において 1400 °C 以上の温度に加熱し、成形体に溶融したシリコンを含浸・焼結させた。得られたシリコン／炭化ケイ素複合材料の表面を表面研磨加工によりほぼ均一に削除して最終製品寸法が外径 200 mm × 高さ 300 mm × 厚み 5 mm のシリコン／炭化ケイ素複合部品を作製した。

#### 【0046】

得られたシリコン／炭化ケイ素複合部品から、幅 4 mm、厚み 3 mm、長さ 40 mm の曲げ試験片を加工し、スパン 30 mm、ヘッドスピード速度 0.5 mm/min の条件で 3 点曲げ試験を室温で行った。試験の結果、この部品の曲げ強度 900 MPa、比較例 2 に対するコストは 0.5 であった。なお、コストは、比較例 2 の製造コスト (焼結コスト) を 1 としたときのコストと比較した比率である。

#### 【0047】

##### [比較例 2]

平均粒径  $0.1 \mu\text{m}$  の炭化ケイ素粉末 ( $\alpha\text{-SiC}$ ) と微量の焼結助剤と有機



バインダとを混合して造粒粉末を作製した。次に、得られた造粒粉末をプレス成形機を用いて、上記スラリーを外径250mm×高さ360mm×厚み10mmのサイズの成形型に充填し3MPaで加圧して板状の成形体を成形した。自然乾燥した後、不活性ガス雰囲気中600℃の温度で加熱・保持し、有機バインダを脱脂した後に、不活性ガス雰囲気中において1900℃以上の温度に加熱して焼結させた。得られた焼結体の表面を表面研磨加工により均一に削除して、最終製品寸法が外径200mm×高さ300mm×厚み5mmのシリコン／炭化ケイ素複合部品を作製した。

## 【0048】

得られたシリコン／炭化ケイ素複合部品から、幅4mm、厚み3mm、長さ40mmの曲げ試験片を加工し、スパン30mm、ヘッドスピード速度0.5mm/minの条件で3点曲げ試験を室温で行った。試験の結果、この部品の曲げ強度300MPaであった。

## 【0049】

実施例1、2及び比較例1、2の寸法、特性、コスト比較を表1にまとめて示す。

## 【0050】

【表1】

	材 料	成形体サイズ (mm)	最終製品サイズ (mm)	曲げ強度 (MPa)	コスト
実施例1	シリコン/炭化ケイ素複合部品	φ51×6	φ50×5	1100	0.7
比較例1	無機炭化ケイ素	φ62×7	φ50×5	400	1
実施例2	シリコン/炭化ケイ素複合部品	外径210	外径 200	900	0.5
		×高さ310	×高さ 300		
		×厚み 7	×厚み 5		
比較例2	無機炭化ケイ素	外径250	外径 200	300	1
		×高さ360	×高さ 300		
		×厚み 10	×厚み 5		

## 【0051】

## 【発明の効果】

以上の実施例からも明らかなように、本発明によれば、炭化ケイ素とカーボンからなる成形体を、所定の部品形状に加工した後に、溶かしたシリコンを溶浸することによって、強度、靱性等の機械的特性や耐久性の改善された、高い信頼性と耐久性を有するシリコン／炭化ケイ素複合部品を、複雑な形状や大型の部品まで安価に提供することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 強度、靱性等の機械的特性や耐久性の改善された、高い信頼性と耐久性を有するシリコン／炭化ケイ素複合部品を低い製造コストで提供すること。

【解決手段】 最終寸法より大きく成形された炭化ケイ素とカーボンからなる成形体に熔融シリコンを含浸させる工程と、熔融シリコンの含浸された前記成形体の表面層を機械加工により削除して最終寸法の部品とする工程とを有する。

得られるシリコン／炭化ケイ素複合部品は、焼結収縮がないから最終製品に近い寸法に生加工することができるため、生産性が改善される。

【選択図】 なし

特願 2002-190588

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[000003078]

1. 変更年月日      2001年   7月   2日  
[変更理由]      住所変更  
                    住 所      東京都港区芝浦一丁目1番1号  
                    氏 名      株式会社東芝
  
2. 変更年月日      2003年   5月   9日  
[変更理由]      名称変更  
                    住所変更  
                    住 所      東京都港区芝浦一丁目1番1号  
                    氏 名      株式会社東芝